

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-302221

(43)Date of publication of application : 25.11.1997

(51)Int.Cl.

C08L 77/00  
C08L 77/00  
G03F 7/022  
G03F 7/039  
G03F 7/075

(21)Application number : 08-117387

(71)Applicant : SUMITOMO BAKELITE CO LTD

(22)Date of filing : 13.05.1996

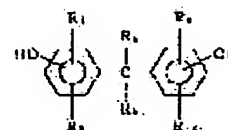
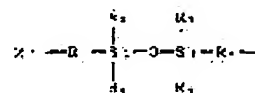
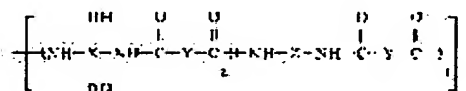
(72)Inventor : BANBA TOSHIO  
HIRANO TAKASHI  
TAKEDA NAOJI  
TAKEDA TOSHIRO

## (54) POSITIVE PHOTSENSITIVE RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a positive photosensitive resin composition which can give a pattern with high sensitivity and high residual film rate and is excellent in tight adhesion to a sealing resin by blending a specified polyamide, a photosensitive diazoquinone compound and a specified phenol compound.

SOLUTION: This composition is obtained by blending 100 pts.wt. polyamide (A), 1-100 pts.wt. photosensitive diazoquinone compound (B) and 1-50 pts.wt. phenol compound (C). The component A used comprises one represented by formula I [wherein X is a tetravalent aromatic group; X is a divalent aromatic group; Z is a group of formula II (wherein R1 and R2 are each a divalent organic group; and R3 and R4 are each a monovalent organic group); (a) is 60.0-100.0mol%, and (b) is 0-40.0mol%, provided a+b=100mol%; and (n) is 2 to 500]. The component B comprises a known compound having a 1,2- benzoquinone diazide or 1,2-naphthoquinone diazide structure. The component C is represented by formula III (wherein R5 and R6 are each H or an alkyl; and R7 to R10 are each H, hydroxyl or an alkyl). If necessary, a dihydroxypyridine derivative can be added to this composition to enhance the photosensitivity.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 15.12.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3207352

[Date of registration] 06.07.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

6

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-302221

(43) 公開日 平成9年(1997)11月25日

(51) Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 77/00	KKK		C 0 8 L 77/00	KKK
	KKW			KKW
G 0 3 F 7/022			G 0 3 F 7/022	
7/039			7/039	
7/075	5 1 1		7/075	5 1 1
審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 22 頁)				

(21) 出願番号 特願平8-117387

(22) 出願日 平成8年(1996)5月13日

(71) 出願人 000002141

住友ベークライト株式会社

東京都品川区東品川2丁目5番8号

(72) 発明者 番場 敏夫

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友  
ベークライト株式会社内

(72) 発明者 平野 孝

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友  
ベークライト株式会社内

(72) 発明者 竹田 直滋

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友  
ベークライト株式会社内

最終頁に続く

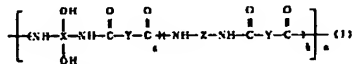
(54) 【発明の名称】 ポジ型感光性樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 高感度で高残膜率のパターンを得ることができ封止樹脂との密着性に優れたポジ型感光性樹脂を提供すること。

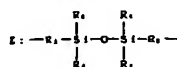
【解決手段】 一般式 (I) で示されるポリアミド (A) 100重量部と感光性ジアゾキノン化合物 (B) 1~100重量部と一般式 (II) で表わされるフェノール化合物 (C) 1~50重量部からなるポジ型感光性樹脂組成物。

【化1】



式中 X: 4 価の芳香族基

Y: 2 価の芳香族基



(R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>: 1 価の芳香族基、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>: 1 価の脂肪族基)

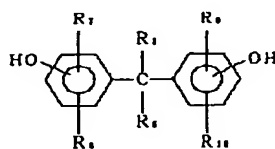
a、b はそれぞれ 0 を含み、a + b = 1 8 0 である

a = 0 0、0 ~ 1 0 0、0 4 6 6

b = 0 ~ 4 0、0 4 6 6

a = 1 ~ 5 0 0

【化2】



(II)

(式)中、R<sub>9</sub>、R<sub>8</sub> は水素原子またはアルキル基を表わし、

R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>、R<sub>10</sub> はそれぞれ水素原子、水酸基および

アルキル基の中から選ばれた 1 つを示す)

## 【特許請求の範囲】

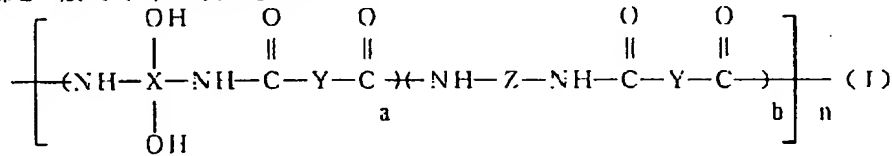
【請求項 1】 一般式 (I) で示されるポリアミド

(A) 100 重量部と感光性ジアゾキノン化合物 (B)

1~100 重量部と一般式 (II) で表わされるフェノー\*

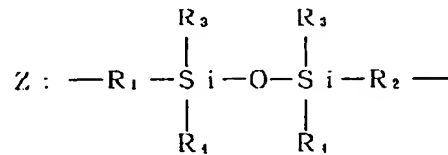
\*ル化合物 (C) 1~50 重量部からなることを特徴とするポジ型感光性樹脂組成物。

【化 1】



式中 X : 4 価の芳香族基

Y : 2 価の芳香族基

(R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub> : 2 価の有機基、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub> : 1 価の有機基)

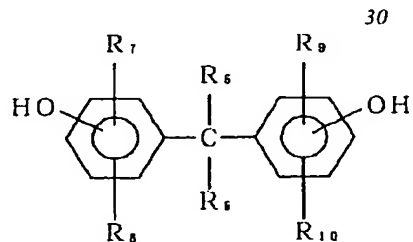
a、b はモル分率を示し、a + b = 100 モル%

a = 60.0 ~ 100.0 モル%

b = 0 ~ 40.0 モル%

n = 2 ~ 500

## 【化 2】

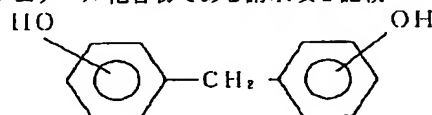
(式中、R<sub>5</sub>、R<sub>6</sub> は水素原子またはアルキル基を表わし、R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>、R<sub>10</sub> はそれぞれ水素原子、水酸基および

アルキル基の内から選ばれた 1 つを示す)

【請求項 2】 フェノール化合物 (C) が、一般式 (II) で表わされるフェノール化合物である請求項 1 記載

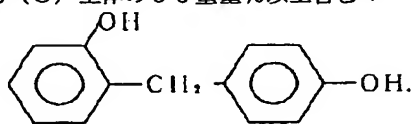
のポジ型感光性樹脂組成物。

【化 3】



3

【請求項3】 フェノール化合物が、一般式 (IV) 又は (V) で表わされる化合物であり、単独又は混合物の形で、フェノール化合物 (C) 全体の50重量%以上含む\*

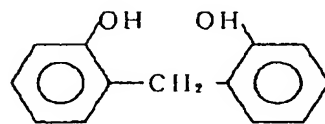


(IV)

4

\*請求項2記載のポジ型感光性樹脂組成物。

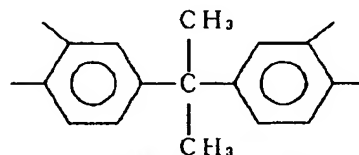
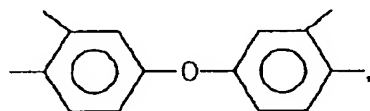
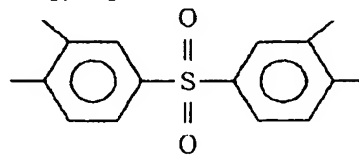
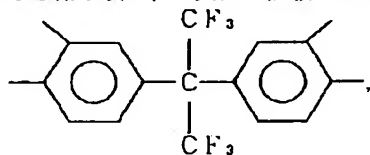
【化4】



(V)

【請求項4】 一般式 (I) のポリアミドにおけるXが、下記より選ばれてなる請求項1、2又は3記載のポ※ 10※ジ型感光性樹脂組成物。

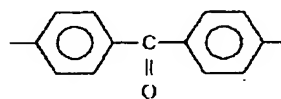
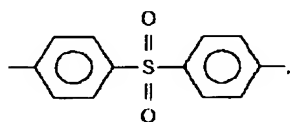
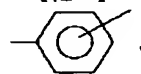
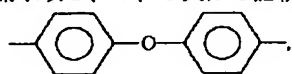
【化5】



【請求項5】 一般式 (I) のポリアミドにおけるYが、下記より選ばれてなる請求項1、2、3又は4記載★

★のポジ型感光性樹脂組成物。

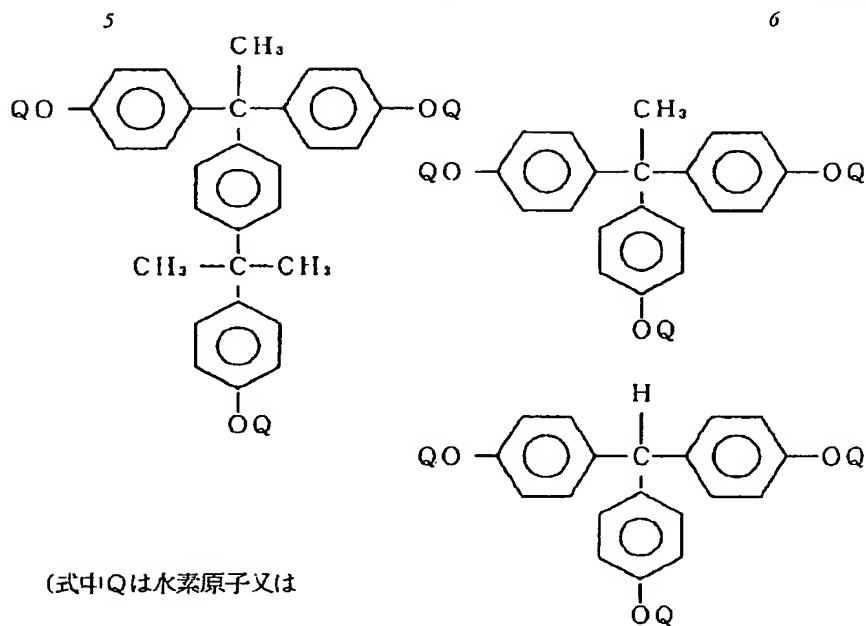
【化6】



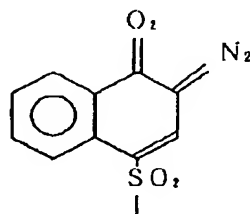
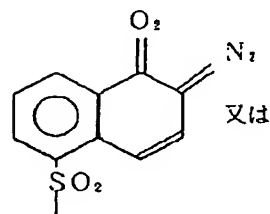
【請求項6】 感光性ジアゾキノン化合物 (B) が、下記より選ばれてなる請求項1、2、3、4又は5記載の

ポジ型感光性樹脂組成物。

【化7】



(式中Qは水素原子又は



である。)

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

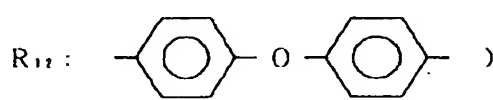
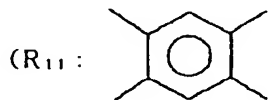
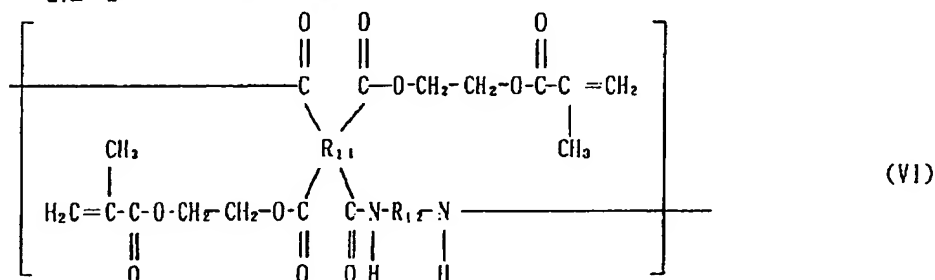
【発明の属する技術分野】本発明は、高感度で高残膜率のパターンを得ることができ、封止樹脂との密着性に優れるポジ型感光性樹脂組成物に関するものである。

##### 【0002】

【従来の技術】従来、半導体素子の表面保護膜、層間絶縁膜には耐熱性が優れ、又卓越した電気特性、機械的特性等を有するポリイミド樹脂が用いられているが、近年\*

\*半導体素子の高集積化、大型化、封止樹脂パッケージの薄型化、小型化、半田リフローによる表面実装への移行等により耐熱サイクル性、耐熱ショック性等の著しい向上の要求があり、更に高性能のポリイミド樹脂が必要とされるようになってきた。一方、ポリイミド樹脂自身に感光性を付与する技術が最近注目を集めてきており、例えば感光性ポリイミド樹脂として、下記式(VI)等がある。

##### 【化8】



【0003】これを用いるとパターン作成工程の一部が簡略化でき、工程短縮の効果はあるが、現像の際にN-メチル-2-ピロリドン等の溶剤が必要となるため、安

全、取扱いにおいて問題がある。そこで最近では、アルカリ水溶液で現像ができるポジ型の感光性樹脂が開発されている。例えば、特公平1-46862号公報におい

7

てはポリベンゾオキサゾール樹脂とジアゾキノン化合物より構成されるポジ型感光性樹脂が開示されている。これは高い耐熱性、優れた電気特性、微細加工性を有し、ウェハーコート用のみならず層間絶縁用樹脂としての可能性も有している。このポジ型の感光性樹脂の現像メカニズムは、未露光部のジアゾキノン化合物がアルカリ性水溶液に不溶であり、露光することによりジアゾキノン化合物が化学変化を起こし、アルカリ性水溶液に可溶となる。この露光部と未露光部での溶解性の差を利用し、未露光部のみの塗膜パターンの作成が可能となる。これら感光性樹脂を実際に使用する場合、特に問題となるのは感光性樹脂の感度である。低感度であると、ウェハー1枚当たりの露光時間が長くなり、スループットが低下する。そこで感光性樹脂の感度を向上させようとして、例えばベース樹脂のポリベンゾオキサゾール樹脂の分子量を小さくすると、非露光部の現像時の膜減りが大きくなり、パターン形状が悪くなるといった問題が生じる。\*

10

8

\*又感光性樹脂と封止樹脂との密着性が悪く、その界面で剥離が発生し、実用性に問題があり、より封止樹脂との密着性に優れた感光性樹脂が強く求められるようになっている。

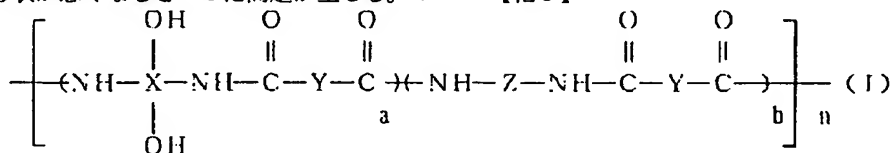
【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、高感度で高残膜率のパターンを得ることができ、封止樹脂との密着性に優れたポジ型感光性樹脂を提供することを目的とする。

【0005】

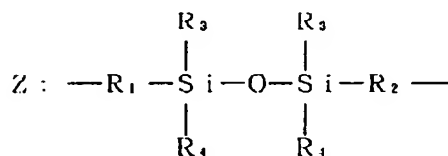
【課題を解決するための手段】本発明は、一般式(I)で示されるポリアミド(A)100重量部と感光性ジアゾキノン化合物(B)1~100重量部と一般式(II)で表わされるフェノール化合物(C)1~50重量部からなることを特徴とするポジ型感光性樹脂組成物である。

【化9】



式中X：4価の芳香族基

Y：2価の芳香族基



(R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>：2価の有機基、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>：1価の有機基)

a、bはモル分率を示し、a+b=100モル%

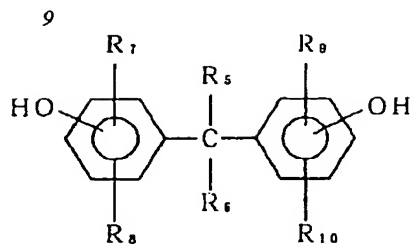
a=60.0~100.0モル%

b=0~40.0モル%

n=2~500

【0006】

【化10】



10

(II)

(式中、 $R_5$ 、 $R_6$  は水素原子またはアルキル基を表わし、

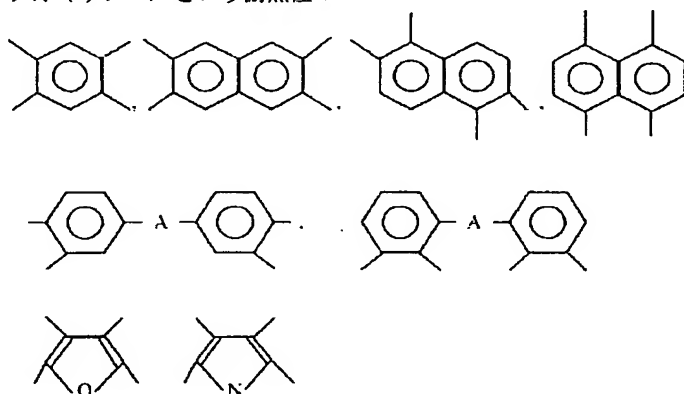
$R_7$ 、 $R_8$ 、 $R_9$ 、 $R_{10}$ はそれぞれ水素原子、水酸基および

アルキル基の内から選ばれた1つを示す)

【0007】式(I)のポリアミドは、Xの構造を有するビスアミノフェノールとYの構造を有するジカルボン酸からなり、このポリアミドを約300~400℃で加熱すると閉環し、ポリベンゾオキサゾールという耐熱性\*

\*樹脂に変化する。本発明のポリアミド(1)のXは、例えば、

【化11】

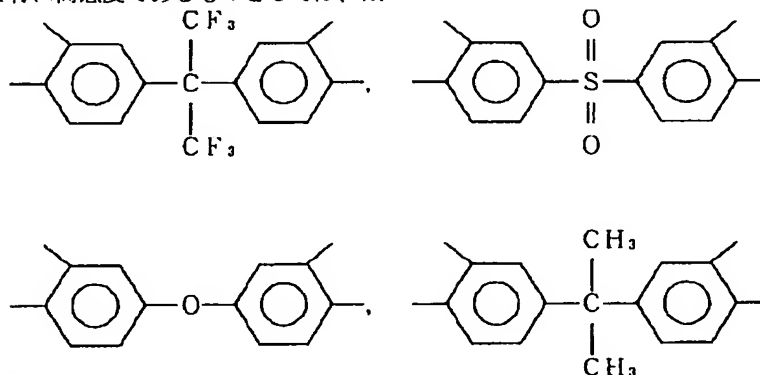


(式中A:  $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{NHCO}-$ 、 $-\text{C}(\text{CF}_3)_2-$ )

等であるがこれらに限定されるものではない。

※【化12】

【0008】この中で特に高感度であるものとしては、※



【化13】

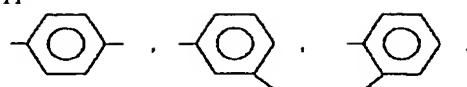
より選ばれるものである。

【0009】又式(I)のYは、例えば、

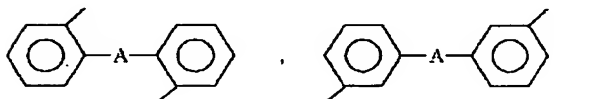
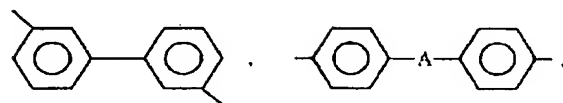
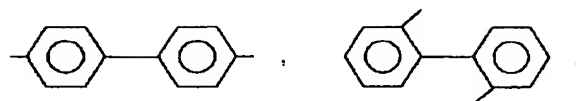


(7)

11



12

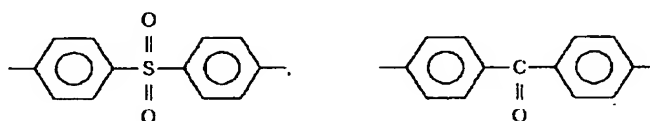
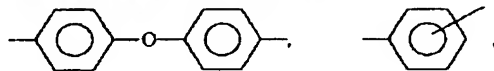


(式中A:  $-\text{CH}_2-$ 、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{CO}-$ 、 $-\text{NHCO}-$ 、  
 $-\text{C}(\text{CF}_3)_2-$ )

等であるがこれらに限定されるものではない。

\*【化14】

【0010】これらの中で特に高感度のものとしては \*



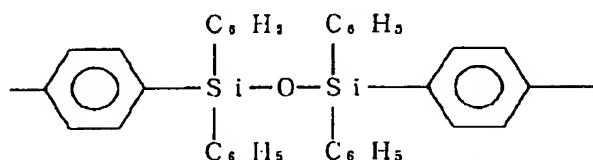
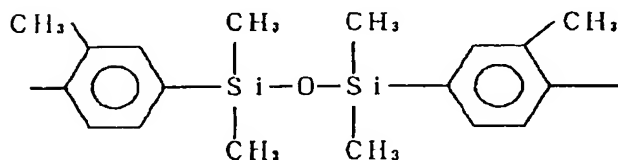
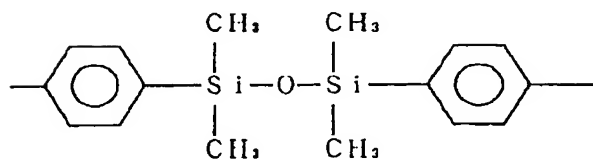
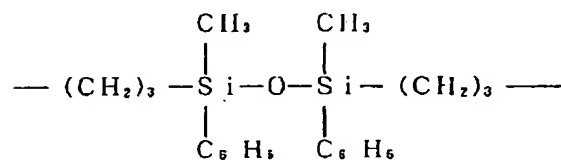
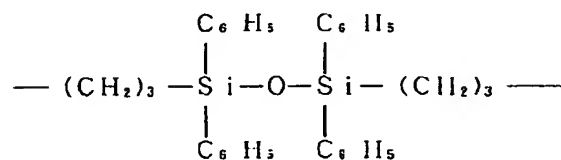
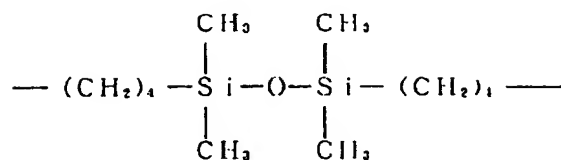
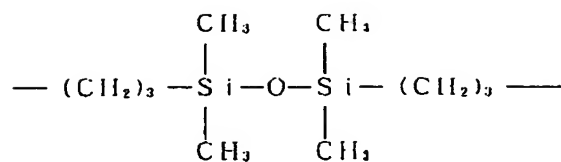
より選ばれるものである。

【化15】

【0011】更に、式(1)のZは、例えば

13

14



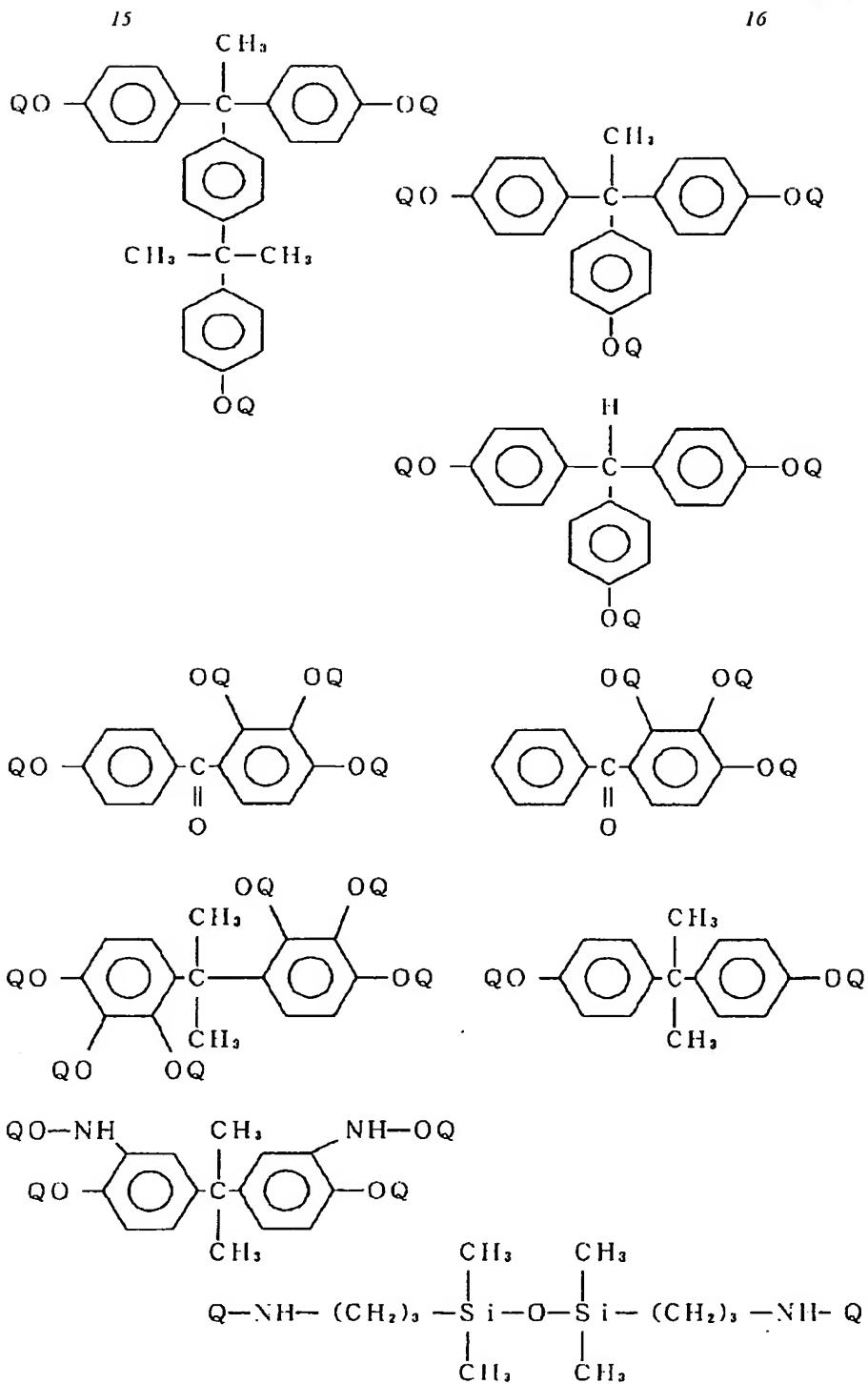
等であるがこれらに限定されるものではない。

【0012】式(1)のZは、例えば、シリコンウェハーのような基板に対して、特に密着性が必要な場合に用いるが、その使用割合bについては最大40.0モル%まで使用することができる。40.0モル%を越えると樹脂の溶解性が極めて低下し、スカムが発生し、パターン加工ができない。なお、これらX、Y、Zの使用にあたっては、それぞれ1種類であっても2種類以上の混合

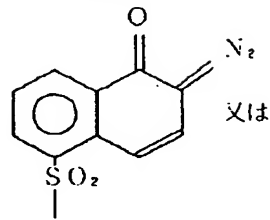
40 物であっても構わない。

【0013】本発明で用いる感光性ジアゾキノン化合物は、1,2-ベンゾキノンジアジドあるいは1,2-ナフトキノンジアジド構造を有する化合物であり、米国特許明細書第2,772,972号、第2,797,213号、第3,669,658号により公知の物質である。例えば、下記のものが挙げられる。

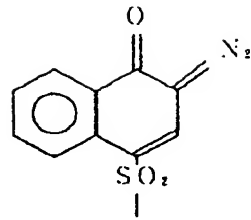
【化16】



17  
(式中Qは水素原子)

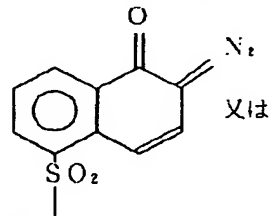


又は

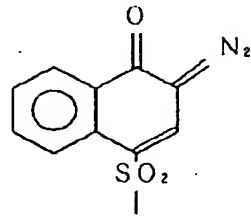


から選ばれ

各化合物においてそれぞれ少なくとも1個は、



又は

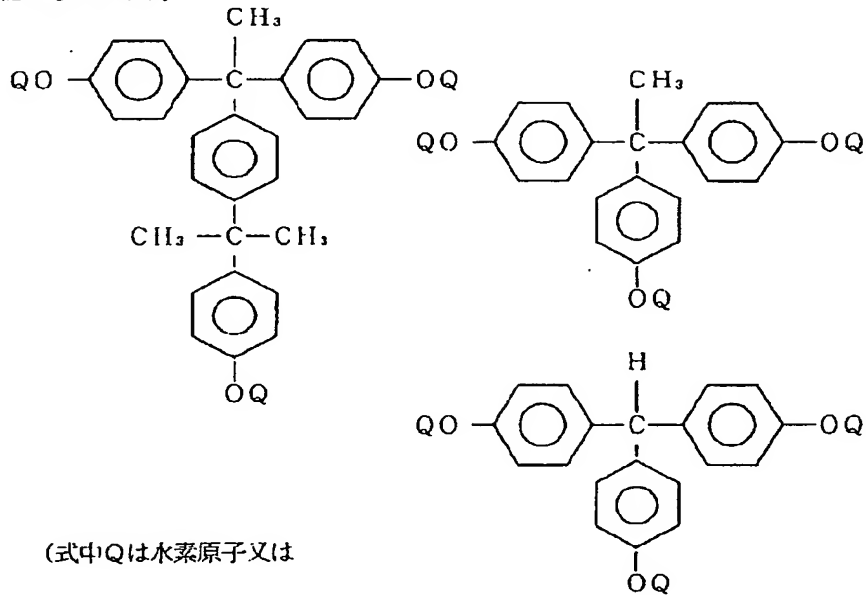


である。)

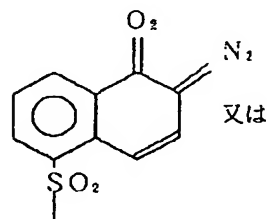
【0015】これらの中で特に高残膜率の点から好ましいものとしては下記のものがある。

\*【化18】

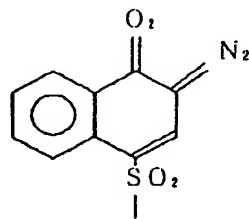
\*



(式中Qは水素原子又は



又は



である。)

【0016】感光性ジアジドキノ化合物 (B) のポリアミド (A) への配合量は、ポリアミド100重量部に対し、1~100重量部で、配合量が1重量部未満だと樹脂のパターニング性が不良であり、逆に100重量部を越えるとフィルムの引張り伸び率が著しく低下する。

【0017】本発明のポジ型感光性樹脂組成物には、必要により感光特性を高めるためにジヒドロキシピリジン

誘導体を加えることができる。ジヒドロキシピリジン誘導体としては、例えば2, 6-ジメチル-3, 5-ジアセチル-4-(2'-ニトロフェニル)-1, 4-ジヒドロピリジン、4-(2'-ニトロフェニル)-2, 6-ジメチル-3, 5-ジカルボエトキシ-1, 4-ジヒドロピリジン、4-(2', 4'-ジニトロフェニル)-2, 6-ジメチル-3, 5-カルボメトキシ-1, 4-

19

20

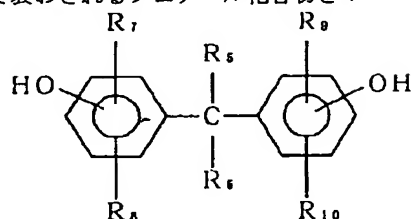
ージヒドロピリジン等を挙げることができる。

\*含有させることが重要である。

【0018】本発明のポジ型感光性樹脂組成物において

【化19】

は、更に一般式 (II) で表わされるフェノール化合物を\*



(II)

(式中、R<sub>5</sub>、R<sub>6</sub> は水素原子またはアルキル基を表わし、

R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>、R<sub>9</sub>、R<sub>10</sub>はそれぞれ水素原子、水酸基および

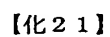
アルキル基の内から選ばれた1つを示す)

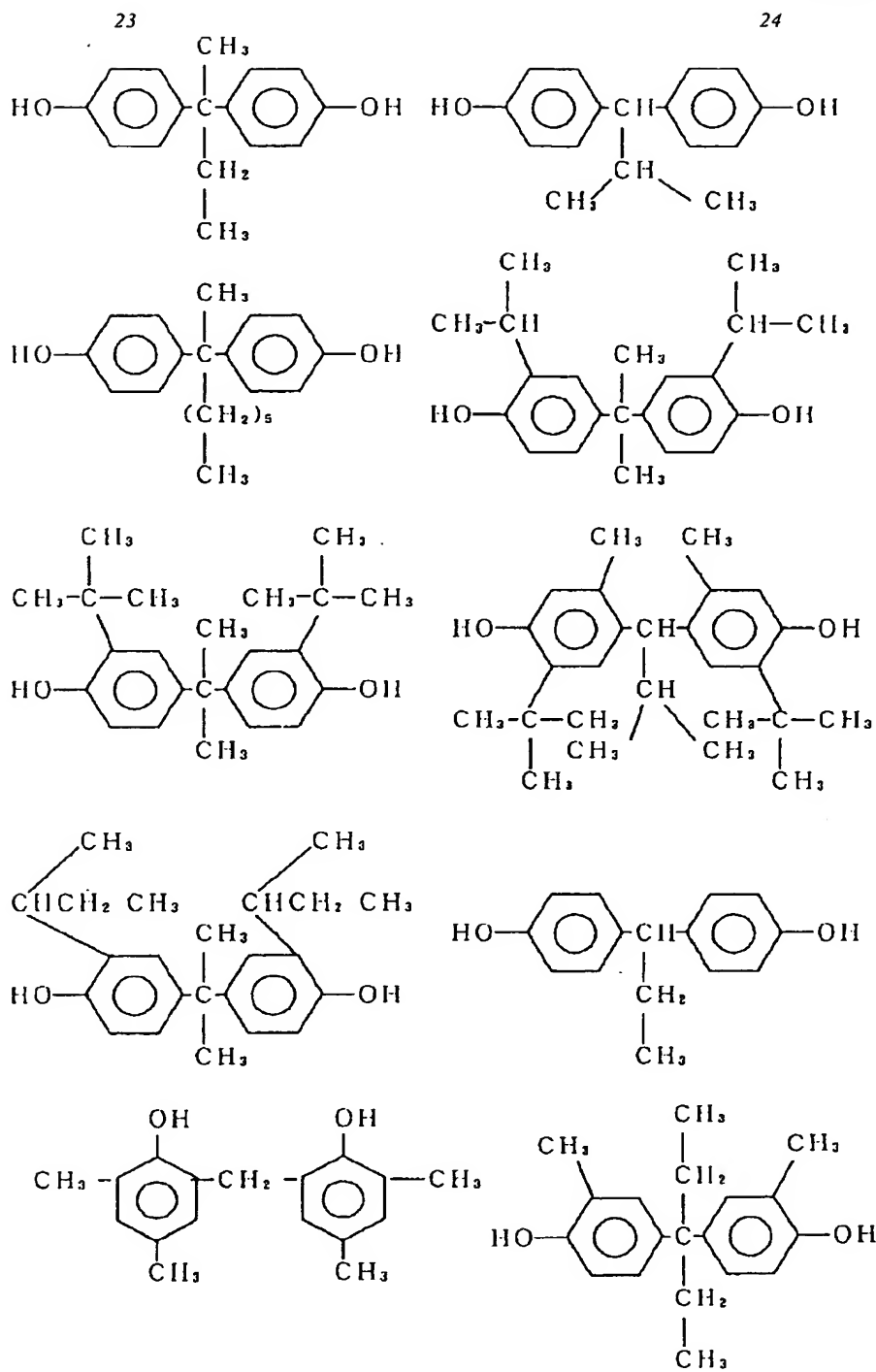
【0019】フェノール化合物をポジ型レジスト組成物に添加する技術としては、例えば、特開平3-200251号公報、特開平3-200252号公報、特開平3-200253号公報、特開平3-200254号公報、特開平4-1650号公報、特開平4-1651号公報、特開平4-11260号公報、特開平4-12356号公報、特開平4-12357号公報に示されている。しかし、これらに示されているようなフェノール化合物は、本発明におけるポリアミドをベース樹脂としたポジ型感光性樹脂に用いても感度向上の効果は小さい。しかし、本発明における一般式 (II) で表わされるフェ

ノール化合物を用いた場合、露光部における溶解速度が増し、感度が向上する。又分子量を小さくし感度を上げた場合に見られるような未露光部の膜減りも非常に小さい。又本発明においては、一般式 (II) で表わされるフェノール化合物を添加することによる新たな特性として、封止樹脂との密着性が向上したポジ型感光性樹脂組成物が得られるということを見出した。

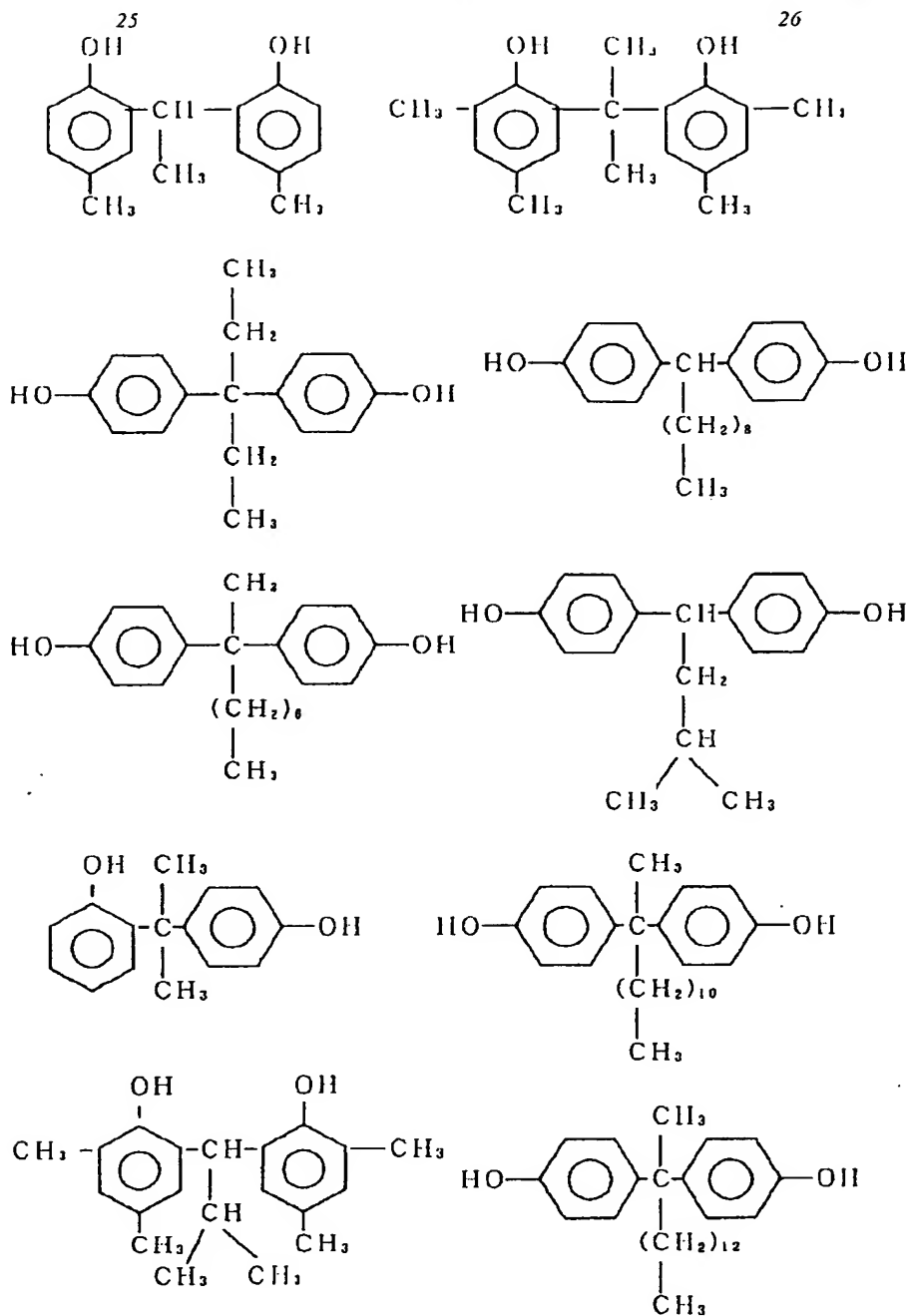
【0020】一般式 (II) に示される化合物としては下記のもの等を挙げることができるがこれらに限定されない。

【化20】



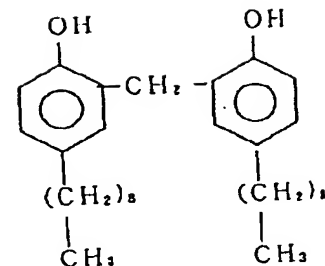
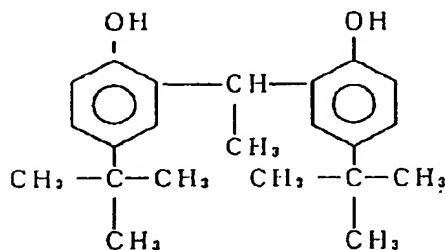
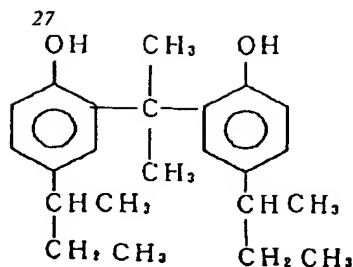


【化 2 2】



40 【化23】

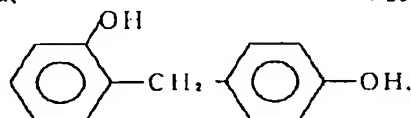




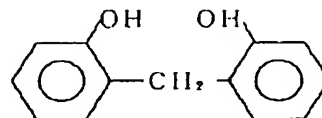
【0024】これらの中で特に、感度及び残膜率の点で好ましいものとしては、

\*【化24】

\* 20



(IV)



(V)

であり、一般式 (IV) 又は (V) で表わされる化合物は単独、又は混合物の形で全フェノール化合物 (C) 中に 50 重量%以上含まれるものである。フェノール化合物 (C) の添加量としては、ポリアミド (A) 100 重量部に対して 1~50 重量部が好ましい。添加量が 1 重量部未満だと感度向上の効果が得られず、又添加量が 50 重量部を越えると残膜率の低下が大きくなったり、又冷凍保存中において析出が起こり実用性に欠ける。

【0025】本発明におけるポジ型感光性樹脂組成物には、必要によりレベリング剤、シランカップリング剤等の添加剤を添加することができる。本発明においてはこれらの成分を溶剤に溶解し、ワニス状にして使用する。溶剤としては、N-メチル-2-ピロリドン、γ-ブチロラクトン、N,N-ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、乳酸メチル、乳酸エチル、乳酸ブチル、メチル-1,3-ブチレングリコールアセテート、1,3-ブチレングリコール-3-モノメチルエーテル、ビルビン酸メチル、ビルビン酸エチル、メチル-3-メトキシプロピオネート等を単独でも混合して用いてもよい。

【0026】本発明のポジ型感光性樹脂組成物の使用方法は、まず該組成物を適当な支持体、例えば、シリコンウェハー、セラミック、アルミ基板等に塗布する。塗布方法としては、スピンナーを用いた回転塗布、スプレーコーターを用いた噴霧塗布、浸漬、印刷、ロールコーティング等がある。次に、60~120℃でプリバークして塗膜を乾燥後、所望のパターン形状に化学線を照射する。化学線としては、X線、電子線、紫外線、可視光線等が使用できるが、200~500nmの波長のものが好ましい。次に照射部を現像液で溶解除去することによりレリーフパターンを得る。現像液としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム、アンモニア水等の無機アルカリ類、エチルアミン、n-プロピルアミン等の第1アミン類、ジエチルアミン、ジ-n-プロピルアミン等の第2アミン類、トリエチルアミン、メチルジエチルアミン等の第3アミン類、ジメチルエタノールアミン、トリエタノールアミン等のアルコールアミン類、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド等の第4級アンモニウム塩等のアルカリ類の水溶液、及びこれにメタノール、エタノールのごときアルコール類等の水溶性有機溶媒や界面活性剤を適当量添加した水溶液を好適に使用することができる。現像方法としては、スプレー、パドル、浸漬、超音

29

波等の方式が可能である。次に、現像によって形成したレリーフパターンをリンスする。リンス液としては、蒸留水を使用する。次に加熱処理を行い、オキサゾール環を形成し、耐熱性に富む最終パターンを得る。本発明によるポジ型感光性樹脂組成物は、半導体用途のみならず、多層回路の層間絶縁やフレキシブル銅張板のカバーコート、ソルダーレジスト膜や液晶配向膜等としても有用である。

#### 【0027】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

#### 《実施例1》

##### \*ポリアミドの合成

2, 2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパン36.6重量部(0.100モル)をN, N-ジメチルアセトアミド150重量部及びピリジン33.2(0.420モル)重量部に溶解した。次にシクロヘキサノン100重量部に溶解したテレフタル酸クロリド17.0重量部(0.084モル)とイソフタル酸クロリド4.3重量部(0.021モル)を-10~-15℃で30分かけて滴下し、その後室温で4時間攪拌し反応を終了した。反応混合物を濾過した後、溶液を水中に投入し目的の一般式(I)で示され、Xが下記式X-1、Yが下記式Y-1及びY-2の混合で、a=100、b=0からなるポリアミド(A<sub>1</sub>)を沈殿させた。沈殿物を濾集し水で充分洗浄した後、真空下80℃で1昼夜乾燥させた。

##### 【0028】\*ポジ型感光性樹脂組成物の作製

合成したポリアミド(A<sub>1</sub>)100重量部、下記式の構造を有するジアゾキノン(Q1)25重量部、下記式の構造を有するフェノール化合物(P-1)15重量部をN-メチル-2-ピロリドン200重量部に溶解した後、0.2μmのテフロンフィルターで濾過し感光性樹脂組成物を得た。

##### 【0029】\*特性評価

このポジ型感光性樹脂組成物をシリコンウェハー上にスピンコーターを用いて塗布した後、オープン中70℃で1時間乾燥し、膜厚約3μmの塗膜を得た。この塗膜にg線ステッパー露光機NSR-1505G3A(ニコン(株)製)によりレチクルを通して50mJ/cm<sup>2</sup>から20mJ/cm<sup>2</sup>づつ増やして540mJ/cm<sup>2</sup>まで露光を行った。次に0.79%のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド水溶液に30秒浸漬することによって露光部を溶解除去した後、純水で30秒間リンスした。その結果、露光量200mJ/cm<sup>2</sup>の照射した部分よりパターンが成形されていることが確認できた。(感度は200mJ/cm<sup>2</sup>)。この時の残膜率(現像後の膜厚/現像前の膜厚)は91.3%と非常に高い値を示した。又、別にポジ型感光性樹脂組成物を同様にシリコンウェハー上に塗布し、プリベークした後、オープン中3

30

0分/150℃、30分/250℃、30分/350℃の順で加熱、樹脂を硬化させた。更に硬化膜の上に半導体封止用エポキシ樹脂組成物(住友ベークライト(株)製、EME-6300H)を2×2×2mm(横×縦×高さ)の大きさに成形した。テンシロンを用いて、ポリベンゾオキサゾール樹脂硬化膜上に成形した封止用エポキシ樹脂組成物を引き剥がし、剪断強度を測定した結果、3.2kg/mm<sup>2</sup>であった。

【0030】《実施例2》実施例1におけるフェノール化合物を下記式P-2に替えて評価を行った。

《実施例3》実施例1におけるフェノール化合物を下記式P-3に替えて評価を行った。

《実施例4》実施例1におけるフェノール化合物(P-1)の添加量を5重量部して評価を行った。

《実施例5》実施例1におけるポリアミドの合成において、テレフタル酸クロリド、イソフタル酸クロリドの代わりにジフェニルエーテル-4, 4'-ジカルボン酸クロリドに替え、一般式(I)で示され、Xが下記式X-1、Yが下記式Y-3で、a=100、b=0からなるポリアミド(A<sub>2</sub>)を合成し、その他は実施例1と同様の評価を行った。

【0031】《実施例6》実施例1におけるポリアミドの合成において、テレフタル酸クロリド、イソフタル酸クロリドの代わりに、ジフェニルエーテル-4, 4'-ジカルボン酸クロリドを用い、また、2, 2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパンの代わりに、3, 3'-ジアミノ-4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホンを用いて、一般式(I)で示され、Xが下記式X-2、Yが下記式Y-3で、a=100、b=0からなるポリアミド(A<sub>3</sub>)の合成をし、その他は実施例1と同様の評価を行った。

《実施例7》実施例1におけるポリアミドの合成において、テレフタル酸クロリド、イソフタル酸クロリドの代わりに、ジフェニルエーテル-4, 4'-ジカルボン酸クロリドを用い、又2, 2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパンの代わりに、3, 3'-ジアミノ-4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルを用いて、一般式(I)で示され、Xが下記式X-3、Yが下記式Y-3で、a=100、b=0からなるポリアミド(A<sub>4</sub>)の合成をし、更にジアゾキノンとして下記式構造のジアゾキノン(Q2)を使用し、感光性樹脂組成物を得、その他は実施例1と同様の評価を行った。

《実施例8》実施例1におけるポリアミドの合成において2, 2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェニル)ヘキサフルオロプロパンを34.8重量部(0.095モル)に減らし、代わりに1, 3-ビス(3-アミノプロピル)-1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサン1.24重量部(0.005モル)を加え、一般式(I)で示され、Xが下記式X-1、Yが下記式Y-1

31

及び Y-2 の混合、Z が下記式 Z-1 で、 $a=95$ 、 $b=5$  からなるポリアミド (As) を合成し、その他は実施例 1 と同様の評価を行った。

【0032】《比較例 1》実施例 1 においてフェノール化合物を添加しないで評価を行った。

《比較例 2》実施例 5 においてフェノール化合物を添加しないで評価を行った。

《比較例 3》実施例 6 においてフェノール化合物を添加しないで評価を行った。

《比較例 4》実施例 1 においてのフェノール化合物の添加量を 0.5 重量部に減らして評価を行った。

《比較例 5》実施例 1 におけるフェノール化合物の添加

32

量を 60 重量部に増して評価を行った。

《比較例 6》実施例 1 におけるフェノール化合物を P-4 に替えて評価を行った。

《比較例 7》実施例 1 におけるフェノール化合物を P-5 に替えて評価を行った。

《比較例 8》実施例 1 におけるフェノール化合物を P-6 に替えて評価を行った。

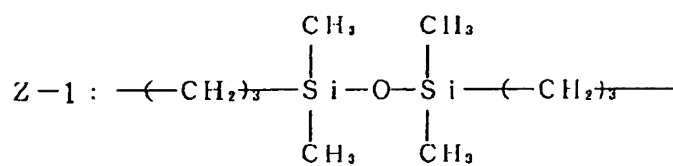
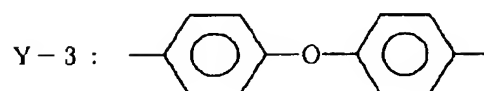
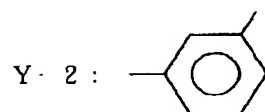
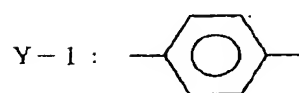
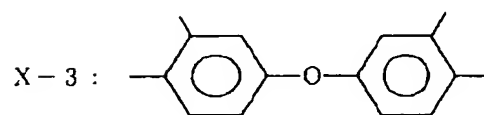
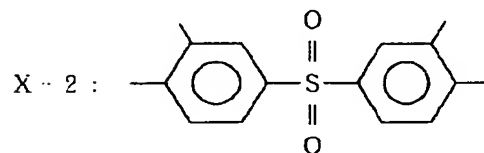
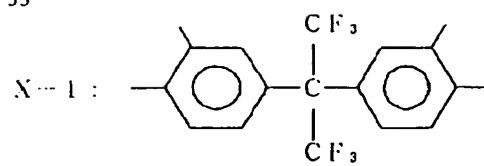
以上実施例 1～8、比較例 1～8 の評価結果を表 1 に示す。

【0033】

【化 25】

33

34

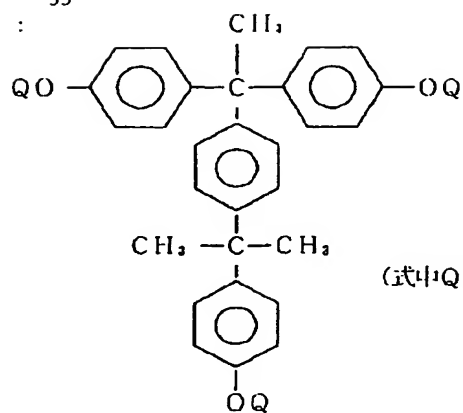


【0034】

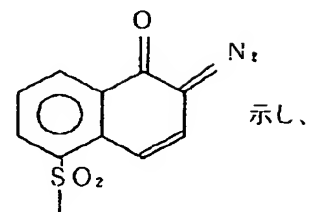
【化26】

36

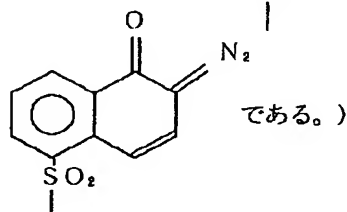
Q 1 : 35



(式中Qは水素原子、又は



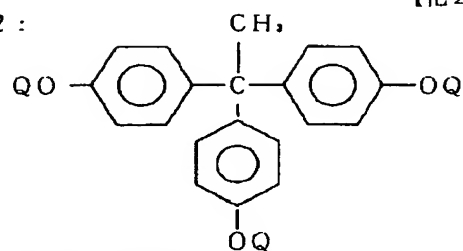
(Q全体のうち、70%が



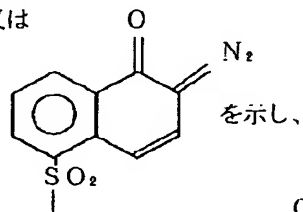
【 0 0 3 5 】

【化 2 7】

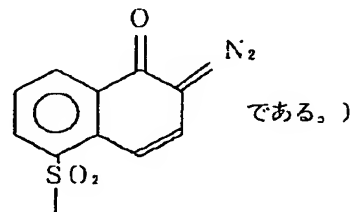
Q 2 :



(式中Qは水素原子、又は



Q全体のうち、70%が



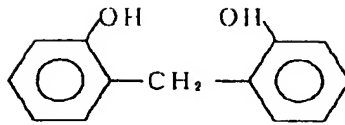
【 0 0 3 6 】

【化 2 8】

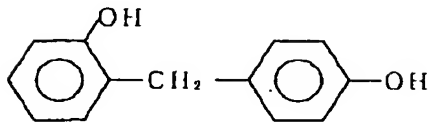
37

38

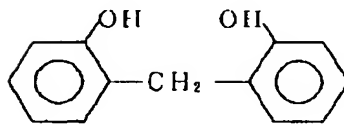
P-1 :



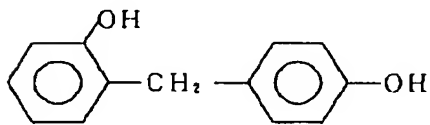
P-2 :



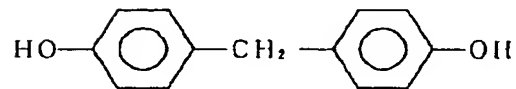
P-3 :



54%



45%



1%

P-3は上記の3種類の混合系からなるフェノール化合物

【0037】

【化29】

フロントページの続き

(72)発明者 竹田 敏郎  
東京都品川区東品川 2 丁目 5 番 8 号 住友  
ベークライト株式会社内